

日本国特許庁

JAPAN PATENT OFFICE

09.04.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 4月12日

出願番号

Application Number:

特願2002-109939

[ST.10/C]:

[JP2002-109939]

出願人

Applicant(s):

キヤノン株式会社

REC'D. 06 JUN 2003

WIPO

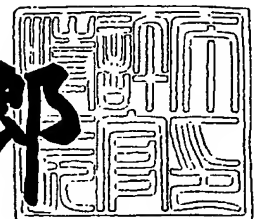
PCT

**PRIORITY  
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 5月20日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3036718

BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 4548002

【提出日】 平成14年 4月12日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H05B 33/00

【発明の名称】 有機発光素子

【請求項の数】 3

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社  
社内

    【氏名】 山田 直樹

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社  
社内

    【氏名】 上野 和則

【特許出願人】

    【識別番号】 000001007

    【氏名又は名称】 キヤノン株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100096828

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 渡辺 敬介

    【電話番号】 03-3501-2138

【選任した代理人】

    【識別番号】 100059410

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 豊田 善雄

    【電話番号】 03-3501-2138

【選任した代理人】

【識別番号】 100110870

【弁理士】

【氏名又は名称】 山口 芳広

【電話番号】 03-3501-2138

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 004938

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0101029

【プルーフの要否】 要

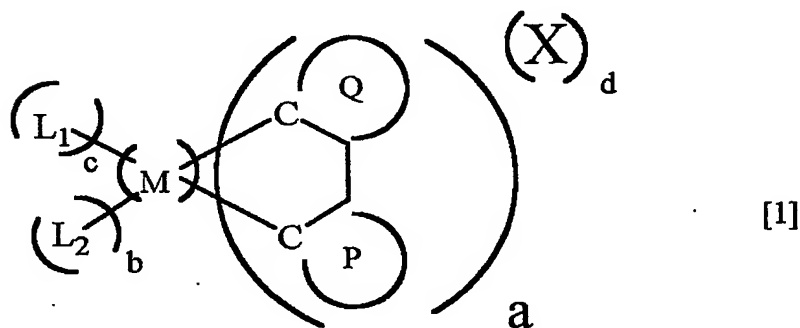
【書類名】 明細書

【発明の名称】 有機発光素子

【特許請求の範囲】

【請求項1】 陽極および陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が、下記一般式〔1〕で示される化合物を含有することを特徴とする有機発光素子。

【化1】



(式中、Mは金属原子である。P、Qは置換もしくは無置換の芳香族炭化水素基、または置換もしくは無置換の芳香族複素環基であり、P、Qでキレート配位子を構成しており、P、Qは互いに縮合環を形成してもよい。L<sub>1</sub>、L<sub>2</sub>は配位子または二重結合でMに結合する酸素原子であり、L<sub>1</sub>、L<sub>2</sub>が互いに縮合環を形成した2配位型キレート配位子でもよい。Xは陰イオンまたは陽イオンのカウンターイオンを表す。aは1から3の整数、b、cは0から4の整数、dは0から3の整数を示す。但し、P、Q、L<sub>1</sub>、L<sub>2</sub>、Xはそれらが複数ある場合、同じであっても異なってもよい。)

【請求項2】 前記金属原子Mが、イリジウムまたはプラチナ原子であることを特徴とする請求項1に記載の有機発光素子。

【請求項3】 前記金属原子Mは、P、Qで構成されるキレート配位子、L<sub>1</sub>、L<sub>2</sub>と16電子5配位もしくは6配位18電子による結合方式をとることを特徴とする請求項1または2に記載の有機発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、有機発光素子に関し、詳しくは有機化合物を含む薄膜に電界を印加することにより光を放出する素子に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

有機発光素子は、陽極と陰極間に蛍光性有機化合物を含む薄膜を挟持させて、各電極から電子およびホール（正孔）を注入することにより、蛍光性化合物の励起子を生成させ、この励起子が基底状態にもどる際に放射される光を利用する素子である。

## 【0003】

1987年コダック社の研究（Appl. Phys. Lett. 51, 913 (1987)）では、陽極にITO、陰極にマグネシウム銀の合金をそれぞれ用い、電子輸送材料および発光材料としてアルミニウムキノリノール錯体を用い、ホール輸送材料にトリフェニルアミン誘導体を用いた機能分離型2層構成の素子で、10V程度の印加電圧において1000cd/m<sup>2</sup>程度の発光が報告されている。関連の特許としては、米国特許4,539,507号、米国特許4,720,432、米国特許4,885,211号等が挙げられる。

## 【0004】

また、蛍光性有機化合物の種類を変えることにより、紫外から赤外までの発光が可能であり、最近では様々な化合物の研究が活発に行われている。例えば、米国特許5,151,629号、米国特許5,409,783号、米国特許5,382,477号、特開平2-247278号公報、特開平3-255190号公報、特開平5-202356号公報、特開平9-202878号公報、特開平9-227576号公報等に記載されている。

## 【0005】

さらに、上記のような低分子材料を用いた有機発光素子の他にも、共役系高分子を用いた有機発光素子が、ケンブリッジ大学のグループ（Nature, 347, 539 (1990)）により報告されている。この報告ではポリフェニレンビニレン（PPV）を塗工系で成膜することにより、単層で発光を確認している

。共役系高分子を用いた有機発光素子の関連特許としては、米国特許 5, 2 4 7, 1 9 0 号、米国特許 5, 5 1 4, 8 7 8 号、米国特許 5, 6 7 2, 6 7 8 号、特開平 4 - 1 4 5 1 9 2 号公報、特開平 5 - 2 4 7 4 6 0 号公報等が挙げられる。

#### 【0 0 0 6】

このように有機発光素子における最近の進歩は著しく、その特徴は低印加電圧で高輝度、発光波長の多様性、高速応答性、薄型、軽量の発光デバイス化が可能であることから、広汎な用途への可能性を示唆している。

#### 【0 0 0 7】

しかしながら、現状では更なる高輝度の光出力あるいは高変換効率が必要である。また、長時間の使用による経時変化や酸素を含む雰囲気気体や湿気などによる劣化等の耐久性の面で未だ多くの問題がある。さらにはフルカラーディスプレイ等への応用を考えた場合、色純度の良い青、緑、赤の発光が必要となるが、この問題に関してもまだ十分に解決されていない。

#### 【0 0 0 8】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、このような従来技術の問題点を解決するためになされたものであり、極めて高効率で高輝度、高寿命の光出力を有する有機発光素子を提供することを目的とする。

#### 【0 0 0 9】

また、発光波長に多様性があり、種々の発光色相を呈するとともに極めて耐久性のある有機発光素子を提供することを目的とする。

#### 【0 0 1 0】

さらには、製造が容易でかつ比較的安価に作成可能な有機発光素子を提供することを目的とする。

#### 【0 0 1 1】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者等は、上述の課題を解決するために鋭意検討した結果、陽極及び陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物

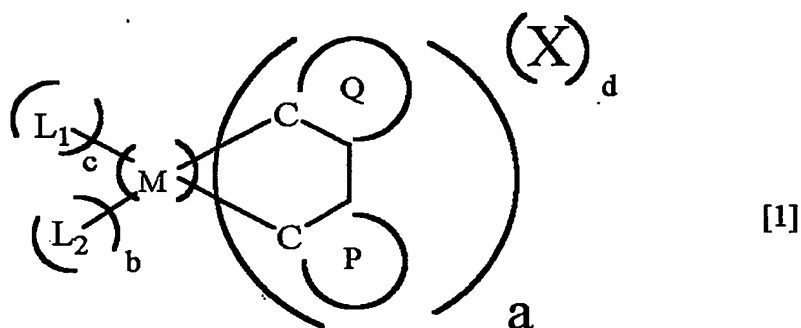
を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が特定の化合物を含有することにより、より高効率で高輝度の光出力を有する有機発光素子を作成することが可能となることを見出し、本発明を完成するに至った。

## 【0012】

即ち、本発明の有機発光素子は、陽極および陰極からなる一对の電極と、該一对の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が、下記一般式〔1〕で示される化合物を含有することを特徴とする。

## 【0013】

## 【化2】



## 【0014】

(式中、Mは金属原子、好ましくはイリジウムまたはプラチナ原子である。P、Qは置換もしくは無置換の芳香族炭化水素基、または置換もしくは無置換の芳香族複素環基であり、P、Qでキレート配位子を構成し、P、Qは互いに縮合環を形成してもよい。L<sub>1</sub>、L<sub>2</sub>は配位子または二重結合でMに結合する酸素原子であり、L<sub>1</sub>、L<sub>2</sub>が互いに縮合環を形成した2配位型キレート配位子でもよい。Xは陰イオンまたは陽イオンのカウンターイオンを表す。aは1から3の整数、b、cは0から4の整数、dは0から3の整数を示す。但し、P、Q、L<sub>1</sub>、L<sub>2</sub>、Xはそれらが複数ある場合、同じであっても異なっても良い。)

## 【0015】

本発明の有機発光素子は、前記金属原子Mは、P、Qで構成されるキレート配位子、L<sub>1</sub>、L<sub>2</sub>と16電子5配位もしくは6配位18電子による結合方式をとる

ことが好ましい。

【0016】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

【0017】

まず、本発明で用いる上記一般式〔1〕で示される化合物について説明する。

【0018】

一般式〔1〕における金属Mとしては、例えば、Pd (II)、Pt (II)、Ru (II) CO、Zn (II)、Mg (II)、Sn (IV)、Pb (II)、Al、Cd、Si (IV)、Ge (IV)、Ba、Sr、Be、Sc (III)、Ti (IV)、Zr (IV)、Hf (IV)、Nb (V)、Ta (V)、Co (III)、Rh (III)、Ir (III)、Ir (IV)、Ni (II)、VO、Sn (II)、Ru (II)、Ru (III)、Cu (II)、Ag、Co (II)、Ca、Hg、Mn (II)、Fe (II)、Fe (III)などが挙げられるが、これらに限定されることなく、一般的な金属原子を使用することができる。

【0019】

また、キレート配位子を構成するP、Qの具体的な例を以下に示す。

【0020】

置換あるいは未置換の芳香族炭化水素基としては、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アンスリル基、フェナンスリル基、ピレニル基、トリル基、トシル基、ハロゲン置換ナフチル基等が挙げられる。

【0021】

置換あるいは未置換の芳香族複素環基としては、チエニル基、フリル基、ピロリル基、イミダゾリル基、ピラゾリル基、イソチアゾリル基、イソオキサゾリル基等の五員環複素環、ピラニル基、ピリジル基、ピラジニル基、ピリミジニル基、ピリダジニル基等の六員環複素環、ピピリジル基、メチルピリジル基、ターチ



エニル基、プロピルチエニル基、イソベンゾフラニル基、インドリジニル基、イソインドリル基、インドリル基、インダゾリル基、プリニル基、インドリニル基、イソインドリニル基、クロメニル基、キノリジニル基、イソキノリル基、キノリル基、フタラジニル基、ナフチリジニル基、キナゾリニル基、カルバゾリル基、N-エチルカルバゾリル基、チアントレニル基、フェナントリジニル基、ペリミジニル基等が挙げられる。

## 【 0 0 2 2 】

P、Qが形成する縮合環としては、ベンゾ、ナフト、アントラ、アセナフト等が挙げられ、またフロ、イミダゾ、ピリド、キノ、チエノ等ヘテロ環を含むこともできる。

## 【 0 0 2 3 】

また、P、Qが有しても良い置換基としては、メチル基、エチル基、n-プロピル基、i s o -プロピル基、t e r -ブチル基、オクチル基、ベンジル基、フェネチル基等のアルキル基又はアラルキル基；ビニル基、アリル基（2-プロペニル基）、1-プロペニル基、i s o -プロペニル基、2-ブテニル基等のアルケニル基；メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、2-エチルーオクチルオキシ基、フェノキシ基、4-ブチルフェノキシ基、ベンジルオキシ基等のアルコキシ基；アセチル基、プロピオニル基、イソブチリル基、メタクリロイル基、ベンゾイル基、ナフトイル基、アンスロイル基、トルオイル基等のカルボニル基；メチルアミノ基、エチルアミノ基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、メチルエチルアミノ基、ベンジルアミノ基、メチルベンジルアミノ基、アニリノ基、ジフェニルアミノ基、フェニルトリルアミノ基、ジトリルアミノ基等のアミノ基；ハロゲン；アゾ基；上記のようなアリアル基、複素環基又は縮合環等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

## 【 0 0 2 4 】

また、配位子 $L_1$ 及び $L_2$ の具体的な例としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、2-エチルーオクチルオキシ基、フェノキシ基、4-ブチルフェノキシ基、ベンジルオキシ基等のアルコキシ基が挙げられる。

## 【 0 0 2 5 】

また、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アンスリル基、フェナンスリル基、ピレニル基、トリル基、トシル基、ハロゲン置換ナフチル基等のアリール基が挙げられる。

## 【0026】

また、チエニル基、フリル基、ピロリル基、イミダゾリル基、ピラゾリル基、イソチアゾリル基、イソオキサゾリル基等の五員環複素環、ピラニル基、ピリジル基、ピラジニル基、ピリミジニル基、ピリダジニル基等の六員環複素環、ビピリジル基、メチルピリジル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、イソベンゾフラニル基、インドリジニル基、イソインドリル基、インドリル基、インダゾリル基、プリニル基、インドリニル基、イソインドリニル基、クロメニル基、キノリジニル基、イソキノリル基、キノリル基、フタラジニル基、ナフチリジニル基、キナゾリニル基、カルバゾリル基、N-エチルカルバゾリル基、チアントレニル基、フェナントリジニル基、ペリミジニル基等の複素環基が挙げられる。

## 【0027】

また、トリフェニルホスフィノ基、トリメチルホスフィノ基、トリエチルホスフィノ基等のホスフィノ基が挙げられる。

## 【0028】

また、メチルアミノ基、エチルアミノ基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、メチルエチルアミノ基、ベンジルアミノ基、メチルベンジルアミノ基、アニリノ基、ジフェニルアミノ基、フェニルトリルアミノ基、ジトリルアミノ基等のアミノ基が挙げられる。

## 【0029】

また、以上の置換基を任意に組み合わせたアゾ基が使用できる。

## 【0030】

$L_1$ 、 $L_2$ が形成する縮合環としては、ベンゾ、ナフト、アントラ、アセナフト等が使用でき、またフロ、イミダゾ、ピリド、キノ、チエノ等ヘテロ環を含むこともできる。

## 【0031】

また、 $L_1$ 、 $L_2$ は置換基を有しても良く、置換基としては、上記のようなアルコキシ基、複素環基、ホスフィノ基、アミノ基、ハロゲン、アゾ基、縮合環等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

## 【0032】

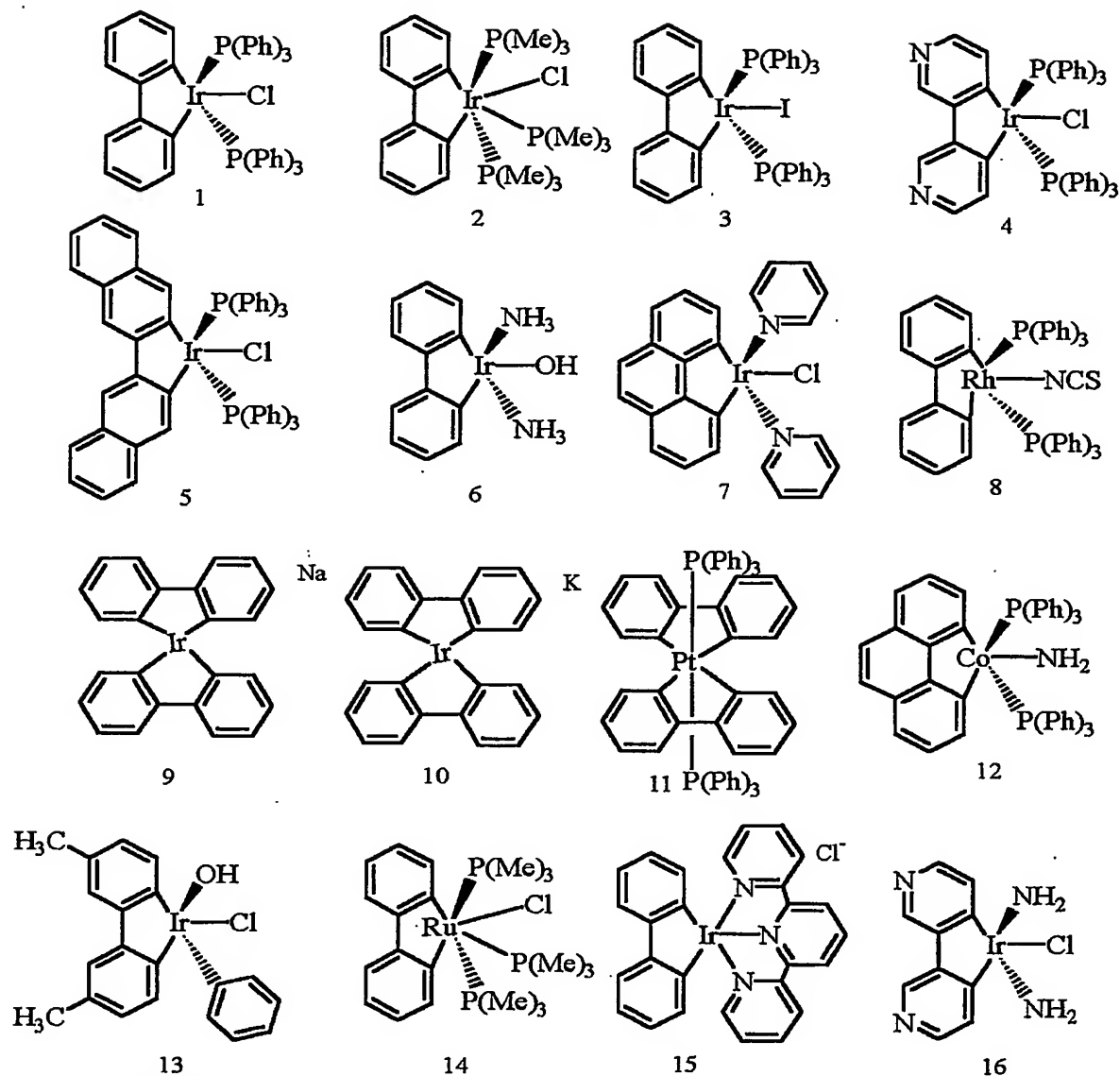
カウンターイオンXとしては、陰イオン性であれば、たとえば $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $Br^-$ 、 $I^-$ 、 $O_2^-$ 、 $(O_2)^{2-}$ 、 $(O_2)^-$ 、 $(OH)^-$ 、 $(SH)^-$ 、 $(SO_4)^{2-}$ 、 $NH_2^-$ 、 $N^{3-}$ 、 $(CN)^-$ 、 $(NCO)^-$ 、 $(NCS)^-$ 、 $(NO_2)^-$ 、 $(OAc)^-$ 、 $(ClO_4)^-$ 、 $(SbO_4)^-$ 、 $(Im)^-$ 、 $(BF_4)^-$ 等が挙げられ、陽イオン性であれば、たとえば $K^+$ 、 $Na^+$ 、 $NH_4^+$ 、 $Li^+$ 等が挙げられるが、これらに限定されることなく、一般的なカウンターイオンを使用することができる。

## 【0033】

次に一般式〔1〕で示される化合物について代表例を挙げる。ただし、これらの化合物に限定されるものではない。

## 【0034】

## 【化 3】



【0035】

次に、本発明の有機発光素子について図面に沿って説明する。

【0036】

図1は本発明の有機発光素子の一例を示す断面図である。図1は基板1上に陽極2、発光層3及び陰極4を順次設けた構成のものである。ここで使用する発光素子はそれ自体でホール輸送能、エレクトロン輸送能及び発光性の性能を単一で有している場合や、それぞれの特性を有する化合物を混ぜて使う場合に有用である。

【0037】

図 2 は本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図 2 は基板 1 上に陽極 2、ホール輸送層 5、電子輸送層 6 及び陰極 4 を順次設けた構成のものである。この場合、発光物質はホール輸送性かあるいは電子輸送性のいずれかあるいは両方の機能を有している材料をそれぞれの層に用い、発光性の無い単なるホール輸送物質あるいは電子輸送物質と組み合わせて用いる場合に有用である。また、この場合、発光層はホール輸送層 5 あるいは電子輸送層 6 のいずれかから成る。

## 【 0 0 3 8 】

図 3 は本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図 3 は基板 1 上に陽極 2、ホール輸送層 5、発光層 3、電子輸送層 6 及び陰極 4 を順次設けた構成のものである。これはキャリア輸送と発光の機能を分離したものであり、ホール輸送性、電子輸送性、発光性の各特性を有した化合物と適時組み合わせて用いられ極めて材料選択の自由度が増すとともに、発光波長を異にする種々の化合物が使用できるため、発光色相の多様化が可能になる。さらに、中央の発光層 3 に各キャリアあるいは励起子を有効に閉じこめて発光効率の向上を図ることも可能になる。

## 【 0 0 3 9 】

ただし、図 1 ～ 3 はあくまでごく基本的な素子構成であり、本発明の化合物を用いた有機発光素子の構成はこれらに限定されるものではない。例えば、電極と有機層界面に絶縁性層を設ける、接着層あるいは干渉層を設ける、ホール輸送層がイオン化ポテンシャルの異なる 2 層から構成されるなど多様な層構成をとることができる。

## 【 0 0 4 0 】

本発明に用いられる一般式 [ 1 ] で示される化合物は、従来の化合物に比べいずれも極めて電子注入性、電子輸送性、発光性の優れた化合物であり、図 1 ～ 図 3 のいずれの形態をも使用することができる。

## 【 0 0 4 1 】

特に、本発明の一般式 [ 1 ] で示される化合物を用いた有機層は、電子輸送層として有用であり、発光層としても有用である。

## 【 0 0 4 2 】

本発明の有機発光素子においては、一般式〔1〕で示される化合物を真空蒸着法や溶液塗布法により陽極2及び陰極4の間に形成する。その有機層の厚みは10  $\mu\text{m}$ より薄く、好ましくは0.5  $\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは0.01～0.5  $\mu\text{m}$ の厚みに薄膜化することが好ましい。

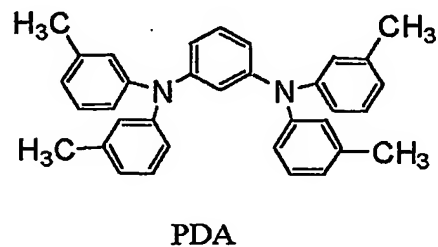
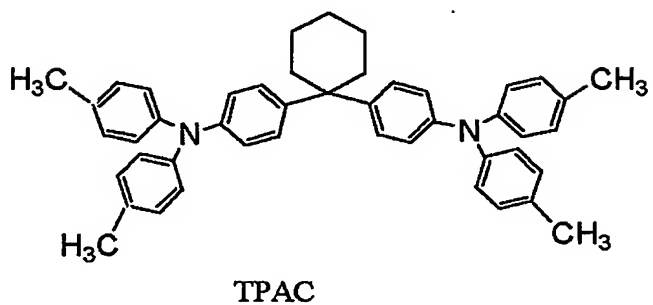
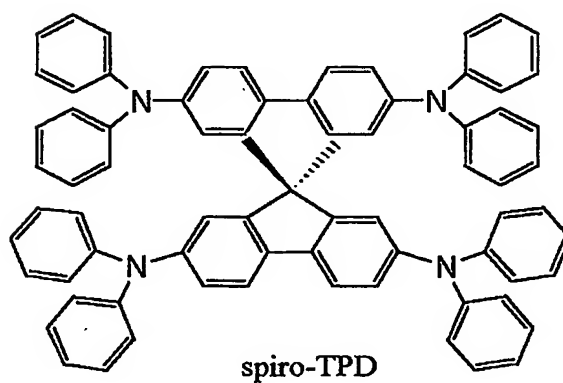
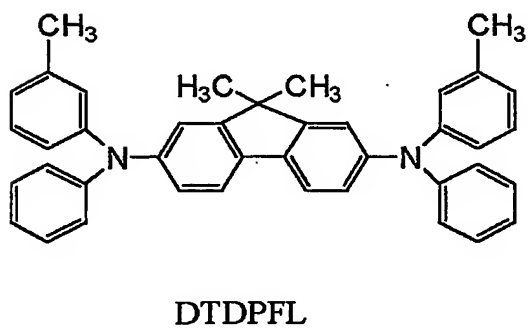
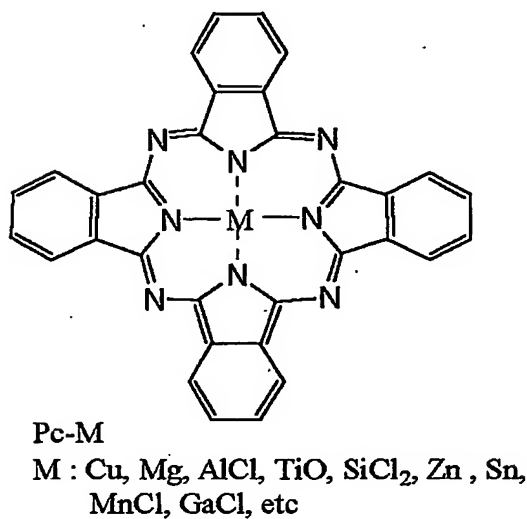
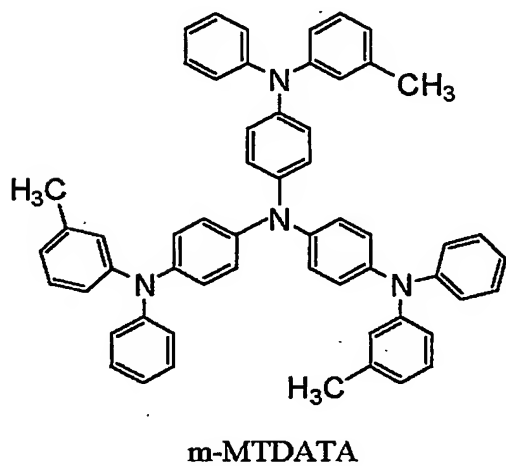
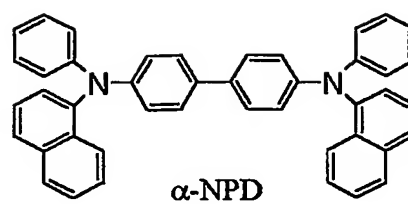
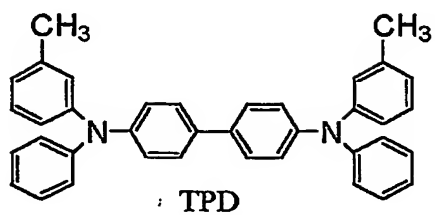
## 【 0 0 4 3 】

本発明においては、電子輸送層、発光層構成成分として前記一般式〔1〕で示される化合物を用いるものであるが、必要に応じてこれまで知られているホール輸送性化合物、発光性化合物、発光層マトリックス化合物、電子輸送性化合物、電荷輸送性ポリマー材料、発光性ポリマー材料（例えば以下に示される化合物等）を一緒に使用することもできる。但し、もちろんこれらに限定されるものではない。

## 【 0 0 4 4 】

【化 4】

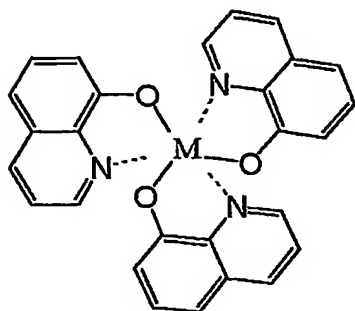
ホール輸送性化合物



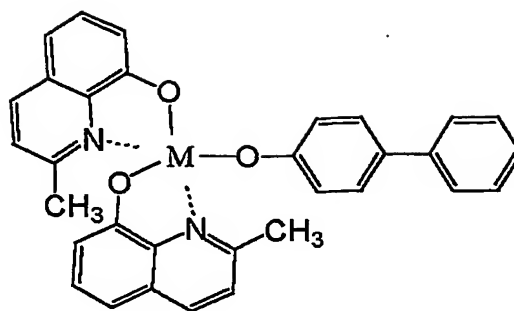
【0045】

【化 5】

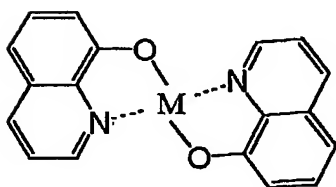
電子輸送性発光材料



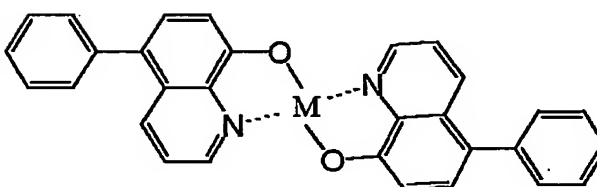
M: Al, Ga



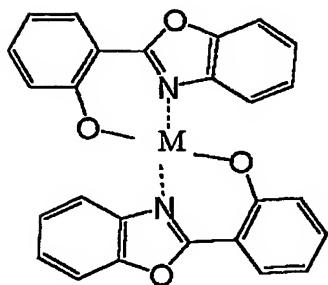
M: Al, Ga



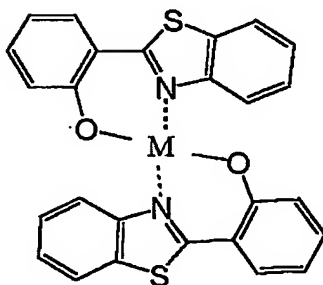
M: Zn, Mg, Be



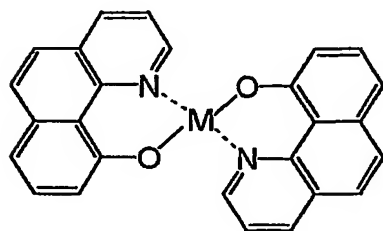
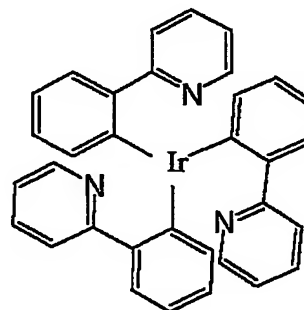
M: Zn, Mg, Be



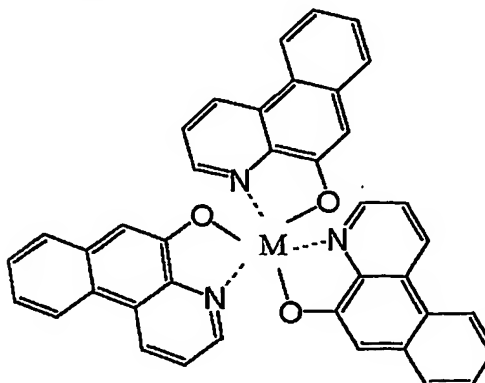
M: Zn, Mg, Be



M: Zn, Mg, Be



M: Zn, Mg, Be



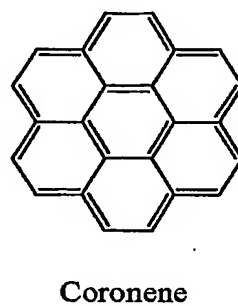
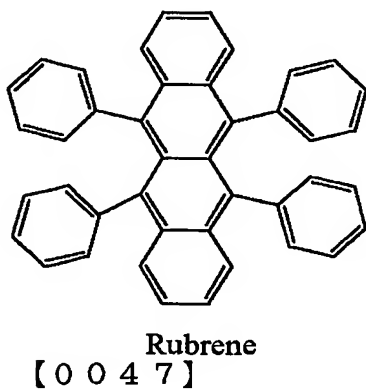
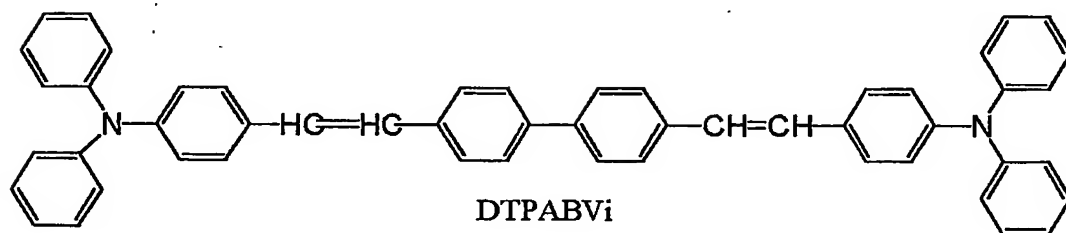
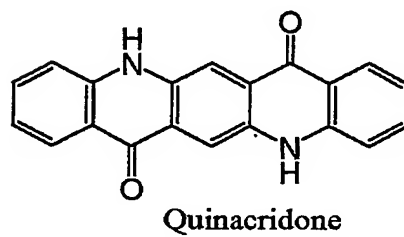
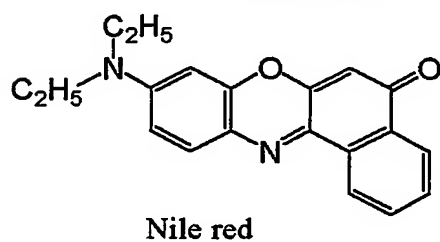
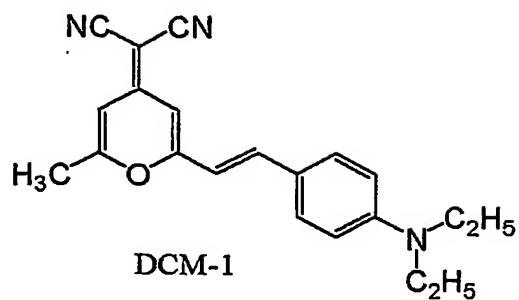
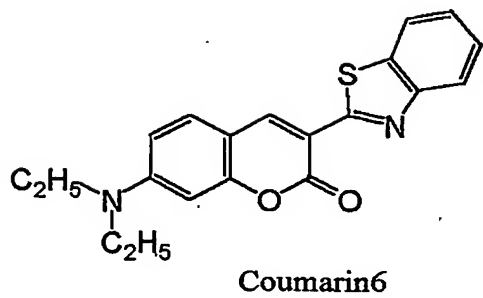
M: Al, Ga

【0046】



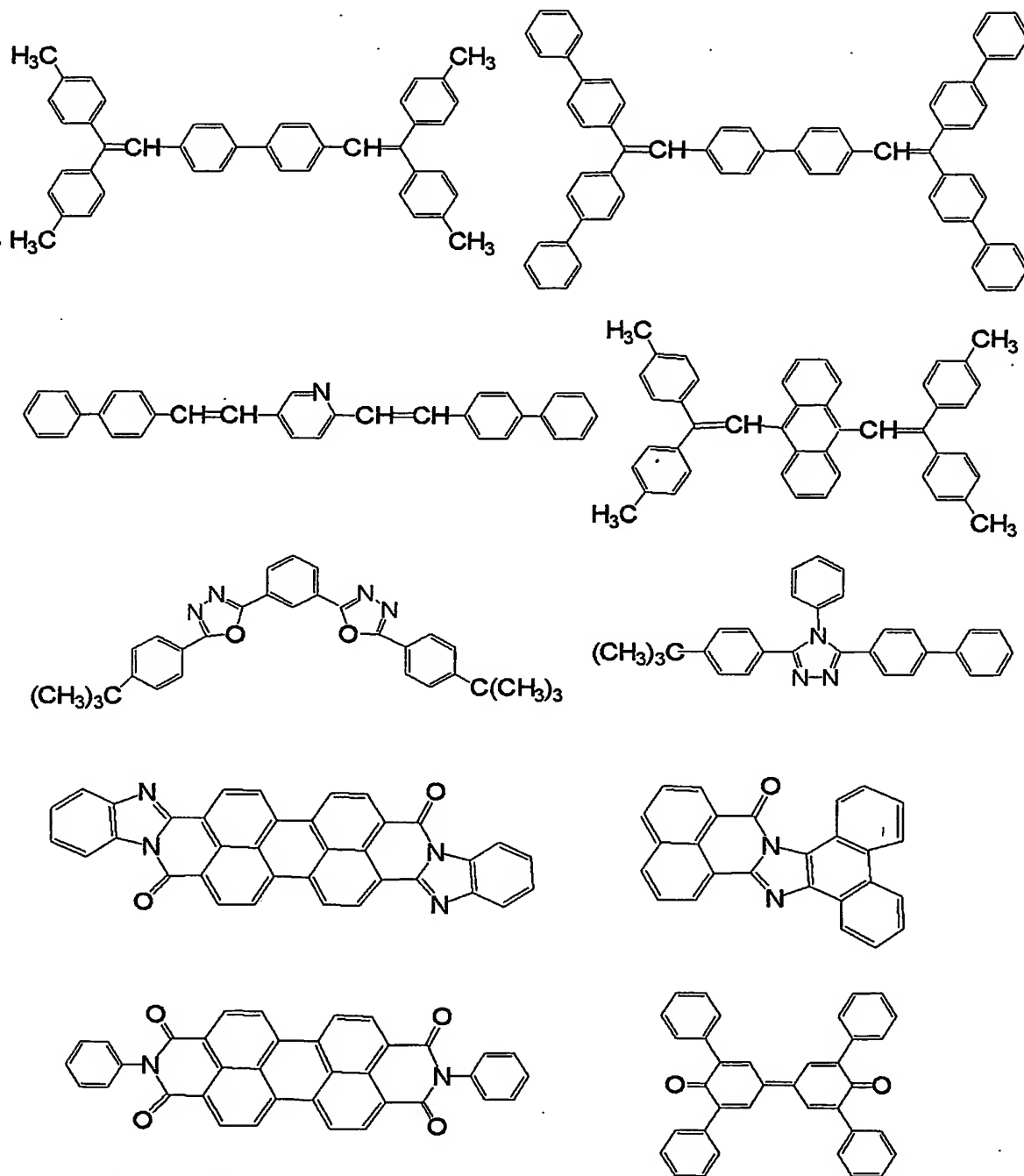
【化 6】

発光材料



【化 7】

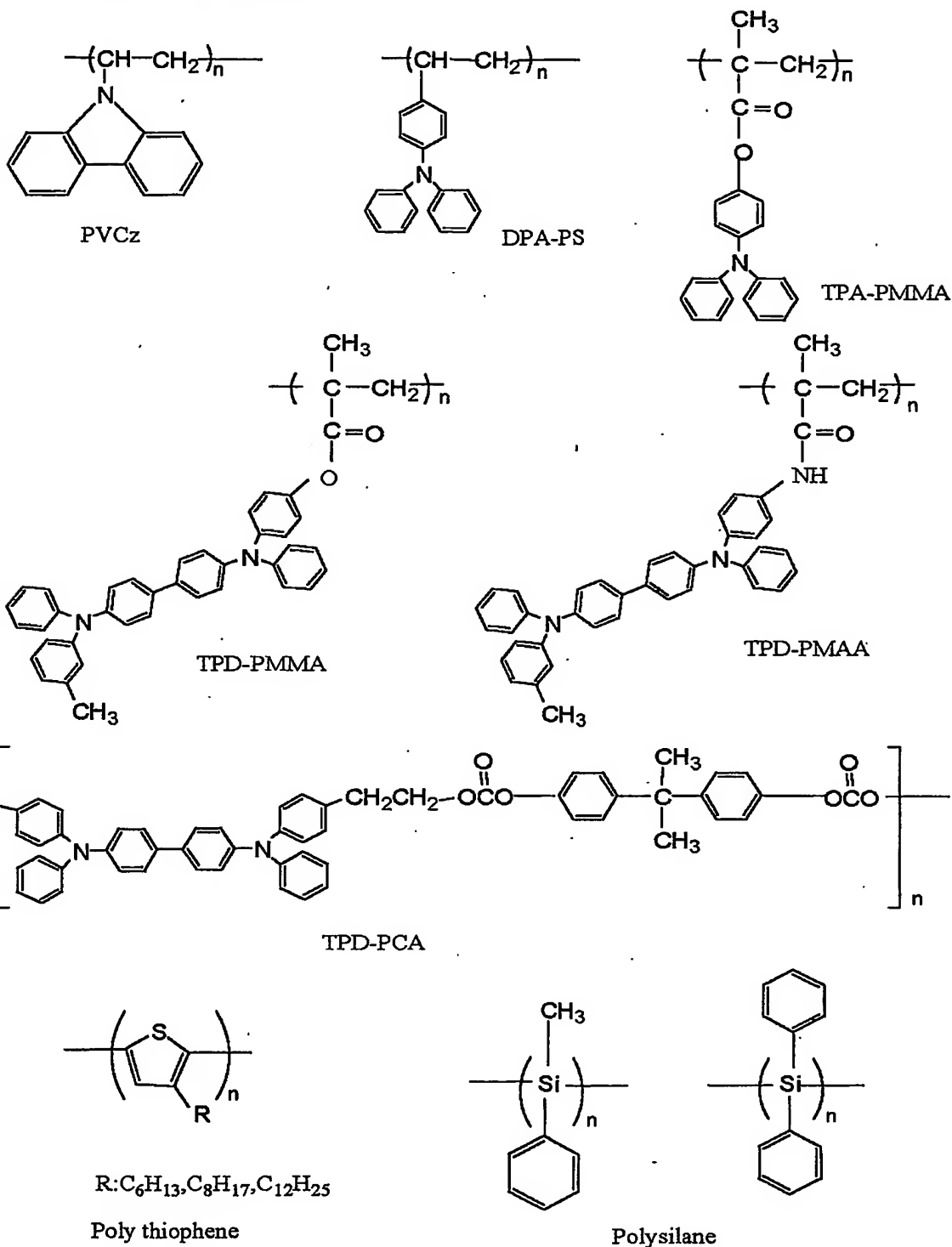
発光層マトリックス材料および電子輸送材料



【0048】

【化 8】

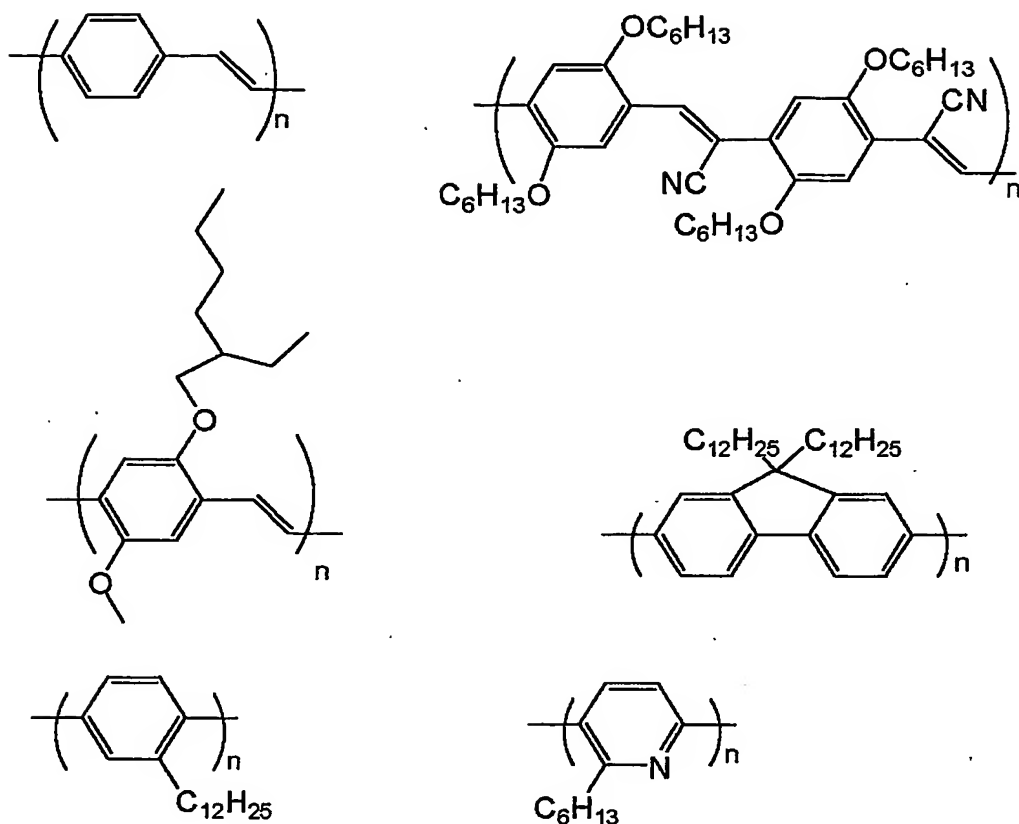
ポリマー系ホール輸送性材料



【 0 0 4 9 】

## 【化9】

ポリマー系発光材料および電荷輸送性材料



【0050】

本発明の有機発光素子において、一般式〔1〕で示される化合物を含有する層およびその他の有機化合物を含む層は、一般には真空蒸着法あるいは、適当な溶媒に溶解させて塗布法により薄膜を形成する。特に塗布法で成膜する場合は、適当な結着樹脂と組み合わせて膜を形成することもできる。

【0051】

上記結着樹脂としては広範囲な結着性樹脂より選択でき、たとえばポリビニルカルバゾール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアリレート樹脂、ポリスチレン樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ブチラール樹脂、ポリビニルアセタール樹脂、ジアリルフタレート樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂、ポリスルホン樹脂、尿素樹脂等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。また、これらは単独または共重合体ポリマーとして

1 種または 2 種以上混合してもよい。

【 0 0 5 2 】

陽極材料としては仕事関数がなるべく大きなものがよく、例えば、金、白金、ニッケル、パラジウム、コバルト、セレン、バナジウム等の金属単体あるいはこれらの合金、酸化錫、酸化亜鉛、酸化錫インジウム（ITO），酸化亜鉛インジウム等の金属酸化物が使用できる。また、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェン、ポリフェニレンスルフィド等の導電性ポリマーも使用できる。これらの電極物質は単独で用いてもよく、複数併用することもできる。

【 0 0 5 3 】

一方、陰極材料としては仕事関数の小さなものがよく、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、アルミニウム、インジウム、銀、鉛、錫、クロム等の金属単体あるいは複数の合金として用いることができる。酸化錫インジウム（ITO）等の金属酸化物の利用も可能である。また、陰極は一層構成でもよく、多層構成をとることもできる。

【 0 0 5 4 】

本発明で用いる基板としては、特に限定するものではないが、金属製基板、セラミックス製基板等の不透明性基板、ガラス、石英、プラスチックシート等の透明性基板が用いられる。また、基板にカラーフィルター膜、蛍光色変換フィルター膜、誘電体反射膜などを用いて発色光をコントロールする事も可能である。

【 0 0 5 5 】

なお、作成した素子に対して、酸素や水分等との接触を防止する目的で保護層あるいは封止層を設けることもできる。保護層としては、ダイヤモンド薄膜、金属酸化物、金属窒化物等の無機材料膜、フッ素樹脂、ポリパラキシレン、ポリエチレン、シリコーン樹脂、ポリスチレン樹脂等の高分子膜さらには、光硬化性樹脂等が挙げられる。また、ガラス、気体不透過性フィルム、金属などをカバーし、適当な封止樹脂により素子自体をパッケージングすることもできる。

【 0 0 5 6 】

【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明していくが、本発明はこれら

に限定されるものではない。

【0057】

〔実施例1〕

図1に示す構造の素子を作成した。

【0058】

基板1としてのガラス基板上に陽極2としての酸化錫インジウム（ITO）をスパッタ法にて120nmの膜厚で成膜したものを透明導電性支持基板として用いた。これをアセトン、イソプロピルアルコール（IPA）で順次超音波洗浄し、IPAで煮沸洗浄、乾燥をした。さらに、UV／オゾン洗浄したものを透明導電性支持基板として使用した。

【0059】

前記例示化合物No. 1で示される化合物0.050gおよびポリビニルカルバゾール1.00gをテトラヒドロフラン75mlに溶解して溶工液を調整した。この溶工液を用いて、透明導電性支持基板上にスピンコート法（2000rpm）により厚さ120nmの有機層膜（発光層3）を製膜した。

【0060】

次に、アルミニウムとリチウム（リチウム濃度1原子%）からなる蒸着材料を用いて、先ほどの有機層の上に、真空蒸着法により厚さ150nmの金属層膜（陰極4）を形成した。蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度は $1.0 \sim 1.2$ nm/secの条件で成膜した。

【0061】

この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、8Vの直流電圧を印加すると $2.4$ mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が流れ、初期輝度 $150$ cd/m<sup>2</sup>の赤色発光が観測された。

【0062】

〔実施例2〕

図2に示す構造の素子を作成した。

【0063】

実施例1と同様な透明導電性支持基板上に、 $\alpha$ -NPDを真空蒸着法により7

0 nmの膜厚で成膜し、ホール輸送層5を形成した。さらに、例示化合物No. 15を真空蒸着法により50 nmの膜厚で成膜し、電子輸送層6を形成した。蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$  Pa、成膜速度は0.2~0.3 nm/secの条件で成膜した。

## 【0064】

次に、先ほどの有機層の上に、実施例1と同様にして、陰極4を形成した。

## 【0065】

この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、8Vの直流電圧を印加すると $5.1 \text{ mA/cm}^2$ の電流密度で電流が流れ、初期輝度 $330 \text{ cd/m}^2$ の赤色発光が観測された。

## 【0066】

## [実施例3]

図3に示す構造の素子を作成した。

## 【0067】

実施例1と同様な透明導電性支持基板上に、TPDを真空蒸着法により70 nmの膜厚で成膜し、ホール輸送層5を形成した。発光層3としては、例示化合物No. 1を真空蒸着法により40 nmの膜厚で成膜し、電子輸送層6としてはアルミニウムトリスキノリノールを用い真空蒸着法により25 nmの膜厚で成膜した。蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$  Pa、成膜速度は0.2~0.3 nm/secの条件で成膜した。

## 【0068】

次に、先ほどの有機層の上に、実施例1と同様にして、陰極4を形成した。

## 【0069】

この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、8Vの直流電圧を印加すると $5.4 \text{ mA/cm}^2$ の電流密度で電流が流れ、初期輝度 $570 \text{ cd/m}^2$ の赤色発光が観測された。

## 【0070】

また、この素子を窒素雰囲気下において、電流密度 $5.0 \text{ mA/cm}^2$ に保ち、1000時間電圧を印加したところ、初期輝度 $530 \text{ cd/m}^2$ から1000

時間後輝度  $480 \text{ cd/m}^2$  と輝度劣化は非常に少なかった。

【0071】

〔実施例4〕

図2に示す構造の素子を作成した。

【0072】

実施例1と同様な透明導電性支持基板の上に、TPDを真空蒸着法により  $70 \text{ nm}$  の膜厚で成膜しホール輸送層5を形成した。さらに、例示化合物No. 1およびアルミニウムトリスキノリノール（重量比1：50）を真空蒸着法により  $20 \text{ nm}$  の膜厚で成膜し、電子輸送層6を形成した。蒸着時の真空度は  $1.0 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ 、成膜速度は  $0.2 \sim 0.3 \text{ nm/sec}$  の条件で成膜した。

【0073】

次に、先ほどの有機層の上に、実施例1と同様にして、陰極4を形成した。

【0074】

この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、 $8 \text{ V}$  の直流電圧を印加すると  $5.4 \text{ mA/cm}^2$  の電流密度で電流が流れ、 $26500 \text{ cd/m}^2$  の輝度で赤色の発光が観測された。

【0075】

さらに、窒素雰囲気下で電流密度を  $5.0 \text{ mA/cm}^2$  に保ち100時間電圧を印加したところ、初期輝度  $12500 \text{ cd/m}^2$  から100時間後  $9600 \text{ cd/m}^2$  と輝度劣化は小さかった。

【0076】

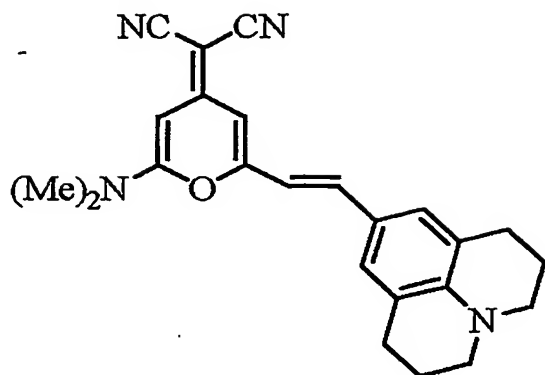
〔比較例1〕

電子輸送層に用いられる化合物を、下記構造式の比較化合物（特開平10-308281号公報）に変えた他は実施例4の素子と全く同様にして素子を作成した。

【0077】



【化10】



【0078】

この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、8Vの直流電圧を印加すると $3.7\text{ mA/cm}^2$ の電流密度で電流が流れ、 $15000\text{ cd/m}^2$ の赤色発光が観測された。

【0079】

また、この素子を窒素雰囲気下において、電流密度 $5.0\text{ mA/cm}^2$ に保ち、1000時間電圧を印加したところ、初期輝度 $60\text{ cd/m}^2$ から1000時間後には発光は確認されなかった。

【0080】

【発明の効果】

本発明の一般式〔1〕で示される化合物を用いた有機発光素子は、実施例および比較例から示される通り、低い印加電圧で高輝度な発光が得られ、耐久性にも優れている。

【0081】

特に、本発明の一般式〔1〕で示される化合物を用いた有機層は、電子輸送層として有用であり、また、純赤色を発光する発光層としても有用である。

【0082】

さらに、素子の作成も真空蒸着あるいはキャスティング法等を用いて作成可能であり、比較的安価で大面積の素子を容易に作成できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明における有機発光素子の一例を示す断面図である。

【図 2】

本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

【図 3】

本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

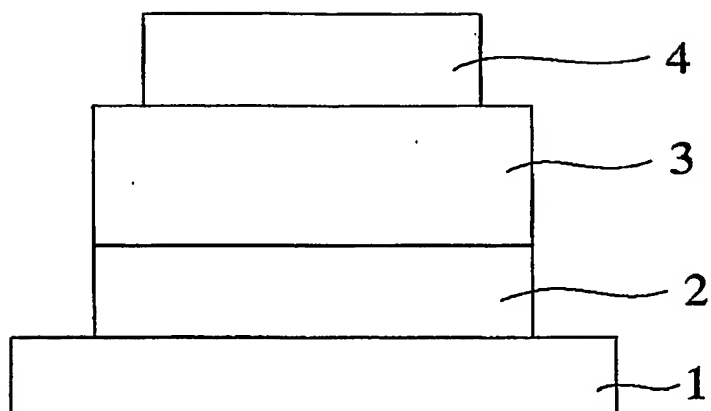
【符号の説明】

- 1 基板
- 2 陽極
- 3 発光層
- 4 陰極
- 5 ホール輸送層
- 6 電子輸送層

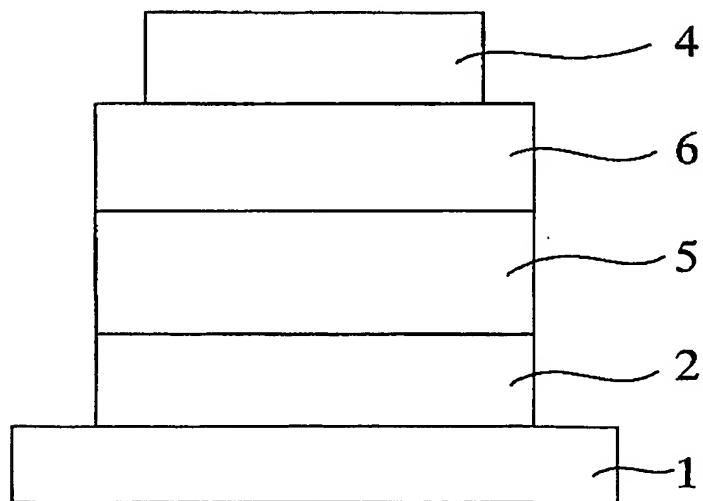
【書類名】

図面

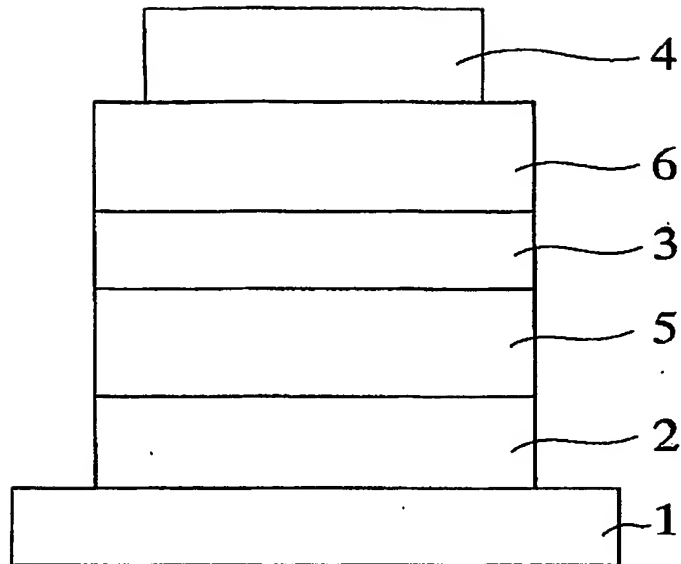
【図 1】



【図 2】



【図 3】



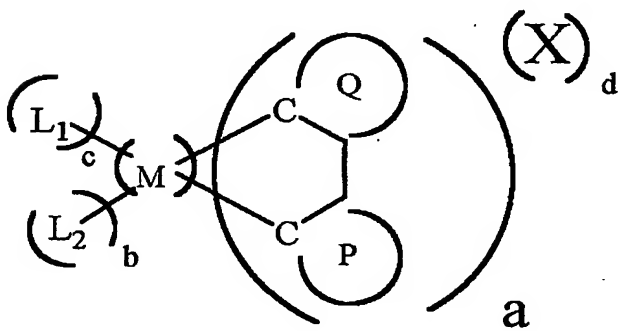
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 極めて高効率で高輝度、高寿命の光出力を有する有機発光素子を提供する。

【解決手段】 陽極および陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が、下記一般式〔1〕で示される化合物を含有することを特徴とする有機発光素子。

【化1】



[1]

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001007]

1. 変更年月日	1990年 8月30日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都大田区下丸子3丁目30番2号
氏 名	キャノン株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**